# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

Reference 8

DIALOG(R) File 350: Derwent WPIX

(c) 2002 Thomson Derwent. All rts. reserv.

## 008370645

WPI Acc No: 1990-257646/199034

Silicone compsn. with good properties — from polysiloxane contg. alkenyl-silicon bonds, polysiloxane with silane bonds, hydrophobic colloidal silica, and catalyst

Patent Assignee: SHINETSU CHEM IND CO LTD (SHIE )
Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Date Week Patent No Kind Date Applicat No Kind 199034 B Α 19890106 JP 2180964 Α 19900713 JP 89888 19931224 JP 89888 19890106 199403 JP 93088908 В

Priority Applications (No Type Date): JP 89888 A 19890106

Patent Details:

Patent No Kind Lan Pg Main IPC Filing Notes

JP 93088908 B C08L-083/07 Based on patent JP 2180964

Abstract (Basic): JP 2180964 A

Peeling silicone compsn. is made by mixing (i) 100 wt.pt. of organo polysiloxane having at least two alkenyl radicals linked to Si atoms in a molecule, (ii) 0.2-50 wt.pt. of organo hydrogen polysiloxane having at least 3 hydrogen atoms linked to Si atoms in a molecule; (iii) 0.1-10 wt.pt. of hydrophobic colloidal silica; (iv) 0.1-1000 (2-500) ppm of Pt series catalyst to 100 wt.pt. of compsn. (ii). Second compsn. is made by mixing (a) 100 wt.pt. of organo polysiloxane having at least two hydroxy radicals linked to Si atoms in a molecule; (b) 0.5-20 (0.1-10) wt.pt. of organo polysiloxane or organo silane having at least two hydrolysable radicals linked to Si atoms, (iii) and (iv).

USE/ADVANTAGE - The compsn. has excellent release properties, and non-blocking property by dry touch, so is used as film separator for paper or plastic film. (7pp Dwg. No. 0/0)

# ⑩ 日本国特許庁(JP)

① 特許出願公開

# ⑩公開特許公報(A) 平2-180964

(1) Int. Cl. 5 C 08 L 83/07	識別記号 LRP	庁内整理番号 6609-4 J	❸公開	平成2年(1990)7月13日
C 08 K 3/36 C 08 L 83/05 C 09 D 183/07 C 09 J 7/02	PMT JKV	6609-4 J 6944-4 J 審査請求	未請求	請求項の数 3 (全7頁)

**9**発明の名称 剥離用シリコーン組成物およびこの塗工物品

②特 顋 昭64-888

@出 頭 昭64(1989)1月6日

闷発 明 者 小 川 匡 彦 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社

シリコーン電子材料技術研究所内

⑪出 願 人 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番1号

例代 理 人 弁理士 山本 亮一 外1名

明知

1. 発明の名称

剝臨用シリコーン組成物およびこの塗工物品

- 2. 特許請求の範囲
- 1.i)けい表原子に結合したアルケニル基を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサン
  - 2) けい素原子に結合した水素原子を 1 分子中に 少なくとも 3 個有するオルガノハイドロジエン ポリシロキサン 0.2~50重養部、
  - 1) 非水系のコロイダルシリカ 0.1~10重量部、
  - 4)触媒量の白金系化合物

とからなることを特徴とする判離用シリコーン 組成物。

- 2.4) けい煮原子に結合した水酸基を1分子中に少なくとも2個有するオルガノポリシロキサン 100重量部、
  - の)けい素原子に結合した加水分解可能な基を1

分子中に少なくとも 2 個有するオルガノポリシロキサンまたはオルガノシラン 0.5~ 20 重量 mx

- A) 非水系のコロイダルシリカ 0.1~10重量邸、
- ニ) 触媒量の硬化促進剤
- とからなることを特徴とする剝離用シリコーン。
- 3.請求項1または2に記載の剝離用シリコーン組 成物を塗工した紙、ブラスチック類。
- 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は劉耀用シリコーン組成物、特には劉郎 特性がよく、ドライタッチで耐ブロッキングにす ぐれた硬化皮膜を与えることから、フィルムセバ レーターを生産性よく製造することのできる剝離 用シリコーン組成物およびこれを塗工した別離性 紙、ブラスチック成形品に関するものである。

[従来の技術]

紙、プラスチックなどの基材と粘着性物質との 割離を容易にしたり、 基材同志の密着を防止する しかし、基材がブラスチックフィルムのように 平滑性の高いものである場合、また基材の両面に シリコーン処理を施そうとすると、建工皮膜面に その背面あるいは壊工面同志のすべりがわるいた めに建工処理後の巻取り工程でしわが発生したり 均一な巻取りができないという問題があり、また

ある、

# [課題を解決するための手段]

本発明はこのような不利を解決した剝離用シリ コーン組成物に関するものであり、これは1)けい 素原子に結合したアルケニル基を1分子中に少な くとも2個有するオルガノポリシロキサン 100皿 量部、2)けい素原子に結合した水素原子を1分子 中に少なくとも3個有するオルガノハイドロジエ ンポリシロキサン 0.2~50重量部、3) 非水系のコ ロイダルシリカ 0.1~10置量部、4)触媒量の白金 系化合物とからなること、またはイ)けい素原子に 結合した水酸基を1分子中に少なくとも2個有す るオルガノポリシロキサン 100重量部、0)けい素 原子に結合した加水分解可能な基を1分子中に少 なくとも2個有するオルガノポリシロキサンまた はオルガノシラン 0.5~20重量部、λ)非水系のコ ロィダルシリカ 0.1~10重量郎、二)触媒量の硬化 促進剤とからなることを特徴とするものである。

すなわち、本発明者らは劉麒特性がよく、ドライタッチで耐ブロッキング性にすぐれた硬化皮膜

一般にシリコーン組成物を塗布して基材表面に到離性の硬化皮膜を形成させるためには通常130~150ででの数十秒の加熱が必要とされるのであるが、基材がポリエチレン、ポリプロピレン、塩化ピニルなどのように耐熱性の乏しいものである場合には低温、短時間の熱処理とされるために多りコーン塗膜の硬化が不充分となり、参取った基材がブロッキングを起すという不利がある。

以下にこれをさらに詳述する。

#### [作用]

本発明の劉離用シリコーン組成物は前記したように従来公知の付加反応型または縮合反応型の劉離用シリコーン起成物に非水系のコロイダルシリカを添加したものであるが、これはつぎの各成分から構成される。

まず、この公知の付加反応型の剝離用シリコー

ン組成物を構成する第1成分としてのオルガノシー ロキサンは1分子中にけい素原子に結合したアル ケニル基を少なくとも2個有するものであるが、 このアルケニル苗は分子组末端でも損中であって もよい。したがって、これは分子銀末端がアルケ ニルジメチルシリル基またはトリメチルシリル基 とされた実質的に直鎖状のジオルガノポリシロキ サンとすればよく、このアルケニル甚としてほど ニル基、アリル基、ブテニル基などが例示され る。また、このアルケニル基以外のけい素原子に 結合した有機基としてはメチル基、エチル基、ブ ロビル基、ブチル基などのアルキル基、フェニル 益、トリル益などのアリール基、またはこれらの 基の炭素原子に結合した水素原子の一部または全 郎をハロゲン原子、シアノ基などで置換した同種 または異種の非置換または置換の脂肪族不飽和基 を除く1値炭化水素基で好ましくはその少なくと も50モル%がメチル苺であるものであるが、この ジオルガノポリシロキサンは単独でも2種以上の 混合物であってもよい。また、このジオルガノポ

ましい。

つぎにこの公知の紹合反応型の製配用シリコーン組成物を構成する(4) 成分としてのオルガノポリシロキサンは1分子中にけい素原子に結合する水酸基を少なくとも2個有するものであるが、これは直銀状でも分岐状であってもよく、この水酸基以外のけい素原子に結合した有機基は前記した付加反応型シリコーン組成物の第1成分における

リシロキサンは塗工作業性および形成される皮膜 の性能上から粘度が50cS以上のものが好ましい。

また、この付加反応型の劉雄性シリコーン組成 物を構成する第2成分としてのオルガノハイドロ ジェンポリシロキサンは1分子中にけい素原子に 結合した水素原子を少なくとも3個有するもので あるが、実用上からは分子中に2個のヨSil 結合 を有するものをその全量の50重量%までとし残余 、を分子中に少なくとも3個の≡SIH 結合を含むも のとすることがよい。このオルガノポリシロキサ ンとしては (CHs) HSIO 単位、 HSIO, s 単位、 (CHo) a NSiOo a 単位のホモポリマーまたはこれら と C M a S l O , 。 単位、 (C M a) z S i O 単位、 (CHs), SiOo. \*単位を含むコポリマーなどが例示さ れ、これらは線状、環状、分岐状のいずれであっ てもよいが、この粘度は25℃における側定値が 10~500cS のものが好ましい。なお、このオルガ ノポリシロキサンの添加量は硬化皮膜の形成およ びその皮膜の剝離性能から考えて、上記第1成分 100 重量部に対し0.2 ~50重量配とすることが好

アルケニル基以外の有機基と同様のアルキル基、アリール基またはその炭素原子に結合した水素原子の一部または全部をハロゲン原子、シアノ基などで置換した基とすればよい。また、このオルガノボリシロキサンは単独でも2種以上の混合物であってもよいが、このものはその塗工作業性および形成される皮膜の性能上から粘度が50cS以上のものとすることが好ましい。

のオルガノシランとしてはメチルトリメトキシシ ラン、エチルシリケートなどのアルコキシシラ ン、メチルトリアセトキシシラン、ビニルトリア セトキシシランなどのアシロキシシラン、メチル トリス ( N . N - ジメチルアミノ) シランなどのア ミノシラン、メチルトリス(N.N - ジエチルアミ ノキシ) シランなどのアミノキシシラン、メチル トリス(エチルメチルケトオキシム)シランなど のケトオキシムシランが例示されるが、これはこ れらオルガノシランの1種または2種以上の郎分 加水分解物であってもよい。なお、このオルガノ ポリシロキサンまたはオルガノシランの使用量は 前記した(4) 成分100 重量部に対し、0.5 重量部 未満では硬化性不良となって得られる硬化皮膜も 強度の弱いものとなり、20重量郎を越えると得ら れる皮膜がもろくなるので 0.5 ~ 20重量部の範囲 とすることがよい。

なお、この縮合反応型シリコーン組成物を構成 する (こ) 成分としての硬化促進剤も従来より用い られている公知のものとすればよく、これにはジ

になるので、平均粒子径が1μm以下、好ましたでは0.1μm以下のものをかからにとかいたのコロイダルシリカの番1を仕上記を合うとは上記のコロイダルシリカの第1を付売が、たってでは、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、では、なり、でものでの、1、この好ましい範囲は0.5~5 重量部とされる。

本発明の劉離用シリコーン組成物は上記で付加反応型シリコーと組成物をしての第二と組成物の所定量を配合したは紹介の所定量を配合したができるができるができるができるができるができるができるが、、子に混合したのか、に第1~第3成分または(i)~(n) 成分をはに一に混合したが 望ましい。 なお、このは外に目的、用途に応じて連料、 題料あるいは来外

ブチルすずジアセテート、ジブチルすずジオクト
エート、ジブチルすずジラウレートなどのような
有機すず化合物、オクタン酸鉄、オクタン酸マン
ガン、オクタン酸すずなどの有機酸の金属塩など
が例示される。また、この添加量は触媒量とすればよいが、これは(1) 成分と(0) 成分の縮合反応
によって硬化皮膜を形成させるのに充分の量とするということから(1) 成分100 重量部に対して0、1 ~10重量部とすればよい。

線吸収削、反応運延削などを添加することは任意 とされる。

本発明の剝離用シリコーン組成物による基材の 処理はこれをそのまま使用してもよいが、この使 用に当っては必要に応じてこれをトルエン、キシ レン、メチルエチルケトン、酢酸エチル、ヘキサ ン、ヘブタンなどの有機溶媒に分散、溶解して用 いてもよい。この組成物による基材の処理はロー ルコーター、グラピヤコーター、パーコーターな ど公知の建工機を用いてこれを基材面に強工すれ はよく、この塗膜はついで 8.0 で以上に加熱する か、紫外線を短時間照射して硬化させればよく、 このようにして得られた硬化皮膜はすぐれた剝離 特性を示すし、このものはドライタッチでブロッ キング防止性もすぐれているので、この租成物で 処理した、離型性を有する紙、ブラスチックフィ ルム類は、生産性もよく、かつ粘着剤加工する際 にもすべりがよいため加工性にすぐれた難型基材 となる。

[ 実 施 例 ]

つぎに本発明の実施例をあげるが、例中における郎は重量部を、粘度は15℃での測定値を示したものであり、例中における剝離抵抗、残留接着率、プロッキング性、すべり性、密着性はそれぞれ下記による測定、試験結果を示したものである。

#### [剝離抵抗]

超成物を薄膜状フィルムまたはシート状の基材表面に所定量塗布し、所定温度の熱風式乾燥機中で所定時間加熱して硬化皮膜を形成させたの。その硬化皮膜面にアクリル系溶剤型粘着剤・オリバインBPS-8170[東洋インキ製造物製商品名]またはアクリル系エマルション型粘着剤・オリバインBPT-3110H (同社製商品名)、あるいはゴスス溶剤型粘着剤・オリバインBPS-2411(同社製商品名)を塗布して100 でで3分間加熱処理した。

つぎにこの処理面に坪量 64 g/m \*の貼り合せ紙を 貼り合わせ、蓋温で 2 0時間エイジングさせ、エイ ジング後の試料を 5 cm巾に切断し、引張り試験機 を用いて 180°の角度で劉耀速度 300 m m/分で貼り

ついで 5 ca巾に切断し、剝離するのに要する力 (s)を測定して、これをブロッキング性とした。

#### [すべり性]

劉越抵抗の場合と同様にして基材表面に硬化皮膜を形成させ、硬化皮膜面とSBRゴム面の動的摩擦係数を測定してこれをすべり性とした。

#### [ 密着性]

劉彪抵抗の場合と同様にして基材表面に硬化皮膜を形成させ、硬化皮膜面を指先で数回摩擦し、皮膜の脱落、密着性をみた。

〇 ··· 密着性良好、 × ··· 密着性不良 実施例 1

分子鎖両末端がピニルジメチルシリル基で封銀され、全有機基の 97.8 モル%がメチル基、 0.9 モル%がフェニル基、1.3 モル%がピニル基であり、30重量%のトルエン溶液の粘度が10,000 cpsであるオルガノポリシロキサン生ゴム 30部に、分子鎖両末端がトリメチルシリル基で封鎖され、ロ 518 基を 1.6 モル/1008 含有する、粘度が

合わせ紙を引張り、剥離するのに要する力( 8) を測定した。

## [残留接着率]

則離抵抗の場合と同様にしてシート状基材表面に組成物の硬化皮膜を形成させたのち、その表面にポリエステルテーブ・ルミラー318 【日東電気工業機製商品名】を貼り合わせ、208/cx²の荷重をのせて70℃で20時間加熱処理してからそのテーブをはがし、ステンレス板に貼りつけた。

つぎにこの処理テーブをステンレス板から 180°の角度で剝離速度 3000m/分ではがし、 剝離するのに要する力(g)を測定すると共に、未処理の標準テーブをステンレス板から剝離するに要する方(g)を測定し、この未処理の標準テーブを別離するに要する力(g)に対する百分率で表わした。

#### 【ブロッキング性】

到離抵抗の場合と同様にして基材表面に硬化皮膜を形成させ、その硬化皮膜面を重ね合わせ、100kg/cm² の荷重をのせて室温で20時間処理し、

25 cps のメチルハイドロジエンポリシロキサン CH. CH.

1.1 郎と式HC≅ C-C-0-Si-CH,で示される反応制御 CH, CH,

利 c.7 部を添加し、これらをトルエン66部に溶解させてオルガノポリシロキサン組成物 1 を作り、ついでこの組成物 1 10 8にブタノールーキシレンに超改別状の無水けい酸を分散させたコロイダルシリカ(固形分10%) c.1 8を加え、トルエン50gで希釈したのち、白金ピニルシロキサン領体 0.1 8 (白金 c.5 % 含有)を添加して 判離 用シリコーン組成物(以下処理液 A と略記する)を作った。

つぎにこの処理液 A を厚さ 40 μ m の 0 9 P フィルムにワイヤードクター # 8 を用いて塗工し、 熱風循環式乾燥器を用いて120 でで 2 0 秒間熱処理をして乾燥量が 0.3 g/a\* の硬化皮膜を形成させたのち、この皮膜についての割離抵抗、残留接着率、ブロッキング性、すべり性、 密着性を しらべたところ、 後記する第 1 表に示したとおりの結果が得られた。

#### 实施例 2 ~ 4

実施例1におけるコロイダルシリカの添加量を0.3 g, 0.5 g, 1.1 g としたほかは実施例1と同様に処理して割離用シリコーン組成物としての処理液B, C, Dを作ったのち、この処理液を用いて実施例1と同様に処理して硬化皮膜を作り、その物性をしらべたところ、後記する第1表に示したとおりの結果が得られた。

#### 比較例1~3

密瘤性

実施例1で得られたオルガノポリシロキサン組成物 I 10 sをトルエン50sで希択したのち、これに白金ビニルシロキサン錯体 (白金0.5 %含有) 0.1 sを添加して製雕用シリコーン組成物としての処理液圧を作った (比較例1) -

また、実施例1で使用したコロイダルシリカの代わりに、フェームドシリカ・アエロジル200 [日本アエロジル餅製商品名] 0.1 gまたは味状シリコーンパウダー・KMP-590 [信超化学工業餅製商品名] 0.1 gを添加したほかは実施例1 と同様に処理して到職用シリコーン組成物としての処

0000

0

理液下(比較例 2)、処理液G(比較例 3)を作った。

つぎにこれらの処理液 E. F. Gを用いて実施 例1と同様に処理して硬化皮膜をつくり、これら の物性をしらべたところ、つぎの第1表に示した とおりの結果が得られた。

この結果から、実施例1~4の処理液A~Dで 処理したフィルムはコロイダルシリカの添加に よってシリコーン特有のぬめり感が減少し、 剝離 抵抗、残留接着性などに影響を与えるブロッキン グ性が改良されており、この処理したフィルムは 重ねておいても板状とならず、容易に1枚ずつは がすことができるが、比較例1~3の処理剤E~ Gでは板状となってしまい1枚ずつはがすにはか なり力がかかるとともにきれいに重ねておくこと が難しことが確認された。

## 实施例 5 . 比较例 4

分子額両末端がシメチルヒドロキシシリル基で 封鎖された、重合度が 5.000 であるポリジメチル ポリシロキサン 30 部に、分子銀両末端がトリメチ ルシリル基で封鎖され、銀中に= 5 i H 基を 1.6 モ ル/100 s 有する粘度が 25 cps のメチルハイドロジ エンポリシロキサン 1 部とブタノールーキシレン に超微粉状の無水けい酸を分散させたコロイダル シリカ (固形分 10 %) 3 部を添加し、トルエン 66 部を加えてオルガノポリシロキサン組成物 11 を

	4	; * *	<u> </u>	0.190	0.190	0.200	0.200	0.225	0.300	0.350
	4 5 5	まない	(g/5cm)	2.0	1.0	0.5	0.5	8.0	5.0	0.5
	53			001	86	66	9.6	100	98	88
	. (e	8PW-3110H	m/min 60	305	345	340	340	086	300	350
採	(8/2cm)	8	0.3	11	62	82	3.6	11	13	ę
强 1	珙	BPS-2411	m/win 50	.290	270	190	280	285	290	300
	整	BPS	2	150	130	135	130	091	140	210
	孟	BPS-8170	m/#in 60	180	185	170	180	240	175	340
		BPS.	9.3	501	33	8	ŏ	110	100	150
				<	gC.	Ü	a	ш	μ,	Ö
			文 例	東協例1	n 2	" 3	" 4	比较例1	" 2	" 3

また、比較のために上記においてコロイダルシリカを添加しないほかは上記と同様に処理して到 臨用シリコーン組成物としての処理被「を作った。

つぎに、この処理液 H . I を厚さ 5.0 μ m のポリエチレンテレフタレートフィルムにワイヤードクター# 8 を用いて塗工し、熱風循環乾燥器を用いて14.0 でで3.0秒間熱処理して乾燥盛が 0.38/m² の硬化皮膜を形成させたのち、この皮膜についての物性をしらべたところ、つぎの第 2 表に示したとおりの結果が得られた。

# **变版例 6 . 比较例 5**

実施倒1で作った処理液 A と比較例1の処理液 Eに、増感剤・(4ーイソプロビル)フェニルー 1ーハイドロキシイソプロビルケトンを 4 邮添加 して処理液 J . K を作り、これらを厚さ 50 μ m の ポリエチレンフィルムにワイヤードクター # 8 を 用いて 塗工 し、 風乾で 溶剤 を 除 去 した の ち、 80 k/c m の 紫外線 ランプを フィルム 面上 8 c m に 置 も、 3 秒間 紫外線 を 照射 して 塗膜 を 硬化さ せ、 得 られた硬化皮膜の物性を しらべたと ころ、 つぎの 第 3 表に示したとおりの結果が得られた。

}		-	-							ŧ
塞	<b>2</b>	and i	崧	短 額 税 抗 (8/5cm)	(8/2ci	٦	部	プロッキ ナベワ	449	鹄
3PS-8170	_		BPS	BPS-2411	8P.	BPN-3110H	4 4		*	47
0.3 60 D.	nia	-	٠.	in n.3 60 0.	0.3	0.3 60			<u>1</u>	캪
,			6.5	ſ	æ	ı	98	1.0	O 091.0 0.1	0
1	<del> </del>	1	99	,	€	l	86	10.0	0.180	0